Química Analítica II

Luciane Pimenta Cruz Romão
Débora dos Santos Bezerra
Elisangela de Andrade Passos

São Cristóvão/SE
2009

Sumário

INTRODUÇÃO A QUÍMICA ANALÍTICA E SEQUÊNCIA ANALÍTICA

METAS

Apresentar os fundamentos da química analítica;
apresentar a importância da química analítica;
apresentar a sequência analítica.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
definir Química Analítica;
entender a importância prática e científica da química analítica;
classificar os métodos analíticos;
descrever cada etapa de uma sequência analítica.

PRÉ-REQUISITOS

Saber os fundamentos de química.

Estudante do curso de Química no Laboratório do Departamento de Química Analítica da UFRJ. (Fonte: http://www.imagem.ufrj.br).

INTRODUÇÃO

Nesta aula será definido o conceito de química analítica, diferenciado analítica qualitativa da quantitativa e descrita à importância da química analítica no contexto científico. Ainda serão classificados e subclassificados os métodos analíticos. Por fim, será apresentado a sequência analítica com a descrição de cada etapa.

Ao final desta aula, você deverá saber definir química analítica, distinguir entre a análise qualitativa e quantitativa e entender importância da química analítica. Você será capaz de descrever o procedimento de uma típica análise química, escolher o método de análise mais adequado, apontar e resolver os possíveis problemas em cada etapa como, por exemplo, acrescentar etapas como filtração, pré-concentração, precipitação, extração, separação de interferente, etc, e, por fim, avaliar os resultados encontrados.

Legenda: Laboratório de Instrumentação e Automação para Análise Química da UFPE (Fonte: http://www.dqf.ufpe.br)

INTRODUÇÃO A QUÍMICA ANALÍTICA

A química analítica é a ciência que estuda os princípios e métodos teóricos da análise química. A análise química consiste em um conjunto de técnicas que permite identificar quais os componentes que se encontram presentes em uma determinada amostra e sua quantidade.

Esta é dividida em análise qualitativa e análise quantitativa. A análise qualitativa consiste em identificar os componentes de uma amostra. Já a análise quantitativa permite determinar a quantidade dos componentes de uma amostra. As substâncias identificadas e quantificadas são chamadas de analitos e os locais de onde foram retiradas estas amostras são chamados de matriz.

IMPORTÂNCIA DA QUÍMICA ANALÍTICA

A Química Analítica tem uma importância científica e prática enorme, porque apresenta um conjunto de métodos de investigação das substâncias e das suas transformações. A análise química tem grande valor na economia nacional; sem sua ajuda é impossível efetuar o controle químico da produção em importantíssimos campos da indústria, assim como no estudo químico de solos, fertilizantes, produtos agrícolas, matérias primas, etc. São também de fundamental importância em muitas áreas de pesquisas afins da Química como Física, Engenharia, Medicina, Ciências dos Materiais, Ciências Sociais, Agricultura, Ciências do Meio Ambiente, Geologia e Biologia.

A Figura 1 mostra as relações entre a química analítica, outras áreas da química e outras ciências.
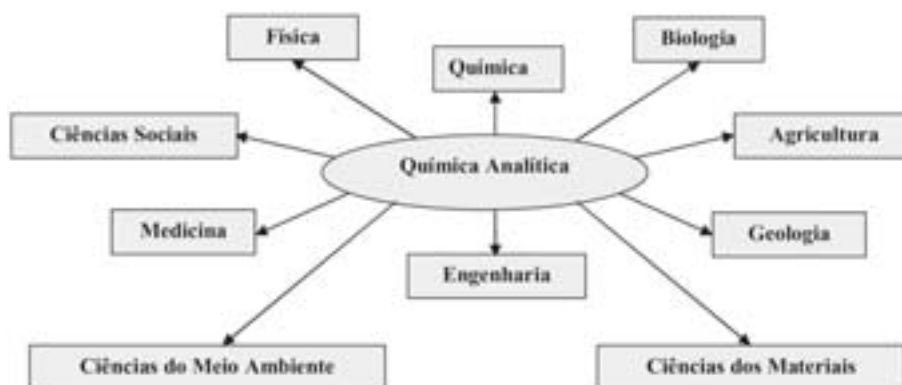
Figura 1. Relações entre a química analítica, outras áreas da química e outras ciências.

MÉTODOS ANALÍTICOS

Os métodos analíticos são classificados em clássicos e instrumentais. Os métodos clássicos são subclassificados em métodos gravimétricos e volumétricos. Os métodos gravimétricos determinam a massa do analito ou de algum composto quimicamente a ele relacionado. No método volumétrico mede-se o volume da solução contendo reagente em quantidade suficiente para reagir com todo analito presente. Nestes métodos envolvem reações químicas, dissolução, extração e estequiometria. Quando realizadas corretamente apresentam elevada exatidão e precisão, às vezes até superiores aos métodos instrumentais, embora sejam mais demoradas. É hoje, muitas vezes, a saída para laboratórios de pequeno porte já que um dos instrumentos utilizados em uma análise química clássica é uma balança analítica. Os métodos analíticos instrumentais consistem na medida das propriedades físicas do analito, tais como condutividade, potencial de eletrodo, absorção ou emissão de luz, razão massa/carga e fluorescência. Nestes métodos envolvem a utilização de equipamentos sofisticados, mas também pode envolver reações químicas em algumas etapas. Muitas vezes são menos precisas do que os métodos clássicos, embora sejam mais rápidos. São utilizados na quantificação e identificação dos constituintes minoritários.

A Figura 2 mostra a classificação e subclassificação dos Métodos Analíticos.
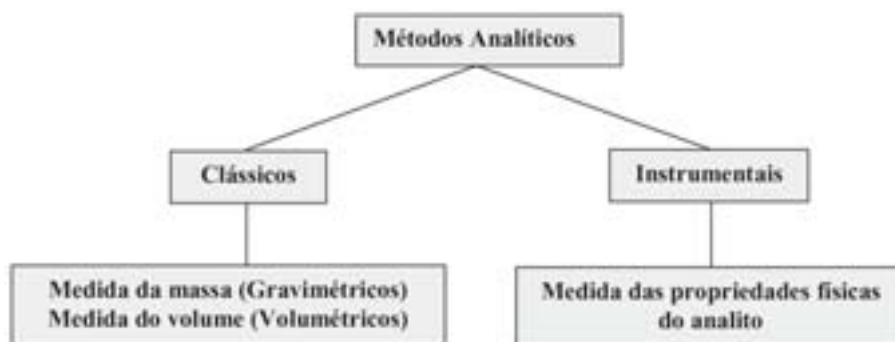
Figura 2. Classificação e subclassificação dos Métodos Analíticos.

A SEQUÊNCIA ANALÍTICA

Uma análise química envolve várias etapas que o analista deverá considerar para a realização das analises, ou seja, a sequência analítica. De uma forma geral estas são as etapas mais importantes de uma análise química típica, a modificação deste esquema dependerá do tipo de amos-

tra que será analisada. Amostras líquidas de uma forma geral não apresentam problemas, algumas etapas do esquema poderão ser excluídas. Se a concentração do analito na amostra pesada for inferior ao limite de detecção do método escolhido será necessário acrescentar uma etapa de pré-concentração (extração por solvente, resina de troca iônica, etc.).

DEFINIÇÃO DO PROBLEMA

Este é o primeiro passo no planejamento de uma análise: qual a informação analítica desejada? Determinação de elementos traços em diferentes amostras (água, ar, solo, sedimento, alimento, etc), por exemplo. Nessa etapa é feita o planejamento da análise e para isso são necessárias várias informações analíticas.

ESCOLHA DO MÉTODO

Qual método de análise fornecerá a informação? O método deve ser eficiente, sempre que possível, simples, rápido; não deve implicar em danos aos materiais em que as amostras serão tratadas e analisadas; não deverá ser passível de erros sistemáticos (perdas por volatilização e adsorção, risos de contaminações, etc); a seletividade deve ser conhecida; deverá se empregado com mínima manipulação e, os resultados serão obtidos com a máxima segurança operacional. Idealmente, a escolha deverá ser feita por um método devidamente validado. O método validado estabelece quais os analitos que poderão ser determinados, especificando-se a matriz ou as matrizes e os riscos de interferências, ou seja, fornece as condições apropriadas para a obtenção dos resultados que possibilitem a solução do problema.

AMOSTRAGEM

Essa etapa consiste em selecionar e remover uma pequena, representativa (adequada) e suficiente parte de um todo, a partir da qual será feita a análise. Alguns termos: amostra (porção que representa o todo), subamostra (quando a amostra é homogeneizada e dividida entre diferentes laboratórios, ou quando esta é grande e é levada somente uma parte pro laboratório), amostra laboratorial (preparada no laboratório), alíquota amostrada (material pesado ou selecionado pra analise a partir da amostra laboratorial). Esta alíquota é analisada diretamente ou passa por um pré-tratamento adicional. Cabe salientar que a amostragem é uma etapa muito importante já que uma amostragem errada compromete toda a sequência analítica.

PREPARO DA AMOSTRA

O objetivo desta etapa é converter a amostra em forma adequada para análise. É oportuno observar que, entre todas as operações analíticas, a etapa de preparo das amostras é a mais crítica. Em geral, é nesta etapa que se gasta mais tempo, cometem mais erros e apresenta o maior custo. Os erros totais de uma análise química são devidos, em muitos casos, às tarefas realizadas na etapa de pré-tratamento. O pré-tratamento das amostras pode representar até 99% do tempo total de uma análise (61% em média). O tempo necessário para se concluir uma análise devido ao pré-tratamento pode variar de 1 minuto a dezenas de horas. A etapa de preparação pode representar mais de 90% dos custos analíticos. A etapa de pré-tratamento das amostras inclui todo o procedimento de preparo no laboratório. O tipo de pré-tratamento depende do estado da amostra que entra no laboratório e a maioria das técnicas requer decomposição prévia da amostra. As principais razões para o pré-tratamento são: homogeneização, dissolução de amostras sólidas, separação de substâncias interferentes e pré-concentração dos analitos.

ELIMINAÇÃO DAS INTERFERÊNCIAS

Esta etapa consiste em eliminar substâncias presentes na amostra que possam interferir na medida. O interferente é uma espécie que causa um erro na análise pelo aumento ou atenuação (diminuição) da quantidade que está sendo medida.

CALIBRAÇÃO E MEDIDA DA CONCENTRAÇÃO

A calibração consiste em submeter quantidades conhecidas do analito a um método de medida usando padrões adequados (soluções ou materiais sólidos). A medida da concentração consiste na obtenção de dados analitos a partir de medidas na amostra pré-tratada. Quando se emprega instrumentos consiste no sinal analítico (quantidade física que contém a informação sobre a concentração).

CÁLCULO DOS RESULTADOS

O cálculo da concentração dos analitos é baseado nos dados experimentais coletados na etapa de medida, nas características dos instrumentos de medida e na estequiometria das reações químicas.

AVALIAÇÃO E AÇÃO

Interpretação dos resultados obtidos a partir da medição e calibração incluindo o controle de qualidade analítica por um procedimento adequado. O resultado obtido é confiável? O resultado final não é apenas um valor e sim uma faixa de valores onde estão incluídas as incertezas inerentes a análise. É importante que o analista sempre tenha acesso aos dados de validação, que são usados para garantir a validade dos resultados. A ação consiste no uso do resultado analítico para uma decisão com respeito ao problema original.

A Figura 3 mostra o fluxograma das etapas envolvidas em uma típica análise química.

Atualmente, o grande desafio para a química analítica é determinar um número cada vez maior de componentes, em quantidades cada vez menores, em um número crescente de amostras, no menor tempo, pelo menor custo.

Figura 3. Fluxograma mostrando as etapas envolvidas em uma típica análise química.

CONCLUSÃO

Nessa sessão foi apresentada a definição de química analítica e relatada a sua importância no contexto científico. A química analítica fornece os métodos e instrumentos necessários para penetrarmos no nosso mundo material. Nesse contexto, a química analítica identifica e quantifica os componentes presentes em uma amostra, empregando métodos clássicos ou instrumentais.

A realização de uma análise química é feita em etapas, ou seja, devese seguir uma sequência analítica. Cada etapa tem suas peculiaridade e importância. A etapa de preparo, por exemplo, é considerada a mais crítica. Nesta etapa se gasta mais tempo, se comete mais erros e se tem os maiores custos.

RESUMO

A química analítica é a ciência de medição e caracterização química. Esta é usada para identificar os componentes presentes em uma amostra (análise qualitativa) e determinar as quantidades exatas dos componentes identificados (análise quantitativa). Esta é de grande importância nas áreas afins com a química como a mineralogia, geologia, geoquímica, fisiologia, microbiologia, assim como nos ramos da medicina e agronomia. Os métodos analíticos são divididos em clássicos (objetivo dessa disciplina) e instrumentais. Os métodos clássicos são baseados na medida da massa (gravimetria) e volume (volumetria) e os métodos instrumentais são baseados na medida de uma propriedade física. A sequência analítica consiste em um conjunto de etapas que o analista deverá considerar para a realização das análises. As principais etapas são: definição do problema, escolha do método, amostragem, preparo da amostra, eliminação das interferências, calibração e medida da concentração, cálculo dos resultados, avaliação e ação. Cada etapa tem sua importância e deve ser empregada de acordo com o tipo de amostra e as condições de trabalho.

ATIVIDADES

Descrever um procedimento analítico desde a definição do problema até as ações a serem tomadas.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

Em um pequeno lago localizado na região metropolitana de Aracaju/ SE foram encontrados centenas de peixes boiando sob a água. Assustados com este fato, alguns moradores da região chamaram imediatamente as autoridades competentes. Passados algumas horas, dois químicos chegaram ao local e logo começaram a realizar a coleta de amostras da água. Eles coletaram cinco amostras, sendo uma no local do acidente, duas à montante (antes) e duas à jusante (depois) do local. As amostras foram coletadas em frascos de plástico e armazenadas em gelo até chegar ao laboratório. No laboratório estas foram filtradas e analisadas segundo parâmetros estabelecidos na resolução CONAMA 344/2004. Depois de calculados os resultados percebeu-se que ao comparar à resolução CONAMA, os valores de nitrogênio amoniacal estava dez vezes maior que o valor máximo permitido para esse parâmetro e que o valor do oxigênio dissolvido apresentou-se cerca de cinco vezes menor. Segundo a literatura especializada, o teor de nitrogênio amoniacal indica a presença de esgoto doméstico *in natura*, umas das causas da diminuição do teor de oxigênio dissolvido na água é a degradação, pelos microorganismos, de matéria orgânica e, uma das principais fontes de matéria orgânica em corpos d' água é o esgoto doméstico. Sabe-se ainda que, na região onde foram encontrados os peixes mortos, estão localizados vários conjuntos habitacionais e que o esgoto da maioria das residências é lançado diretamente no lago. Uma ação para este problema seria o tratamento adequado do esgoto antes do seu lançamento no corpo d' água.

PRÓXIMA AULA

Aula 02: Erros e tratamentos de dados.

AUTO-AVALIAÇÃO

1. Escreva com suas palavras a importância da química analítica.
2. Defina analito e matriz.
3. Qual a diferença entre química analítica qualitativa e quantitativa?
4. Cite e explique os métodos analíticos.
5. Quais os parâmetros que são levados em conta durante o processo de seleção do método?
6. Por que a etapa de preparo da amostra é mais longa e cara de uma análise química?
7. Defina amostra, subamostra e alíquota.
8. Por que é preciso separar as espécies interferentes no processo analítico?
9. Escreva resumidamente como você procederia numa coleta de água para fins analíticos.
10. Comente a seguinte afirmação: "Um resultado analítico sem uma estimativa de confiabilidade não vale nada."

REFERÊNCIAS

BACCAN, N.; ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. C. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. Ed. Unicamp, 3 ed. Campinas, 2001.
CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. Ed. John Wiley & Sons, Inc., 5 ed. EUA, 1994.
HARRIS, D. **Analise Química Quantitativa**. Ed. LTC, 5 ed. Rio de Janeiro, 2001.
SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. Americana. Ed. Thomson: São Paulo, 2007.